

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/FR05/000556

International filing date: 09 March 2005 (09.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: FR  
Number: 0403106  
Filing date: 25 March 2004 (25.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 20 May 2005 (20.05.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 09 MARS 2005

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr

ESTABLISSEMENT PUBLIC NATIONAL

ESTABLISSEMENT PUBLIC NATIONAL

CRÉÉ PAR LA LOI N° 51-444 DU 19 AVRIL 1951



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*04

26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

N° Indigo 0 825 83 85 87

0,15 € TTC/mn

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 @ W / 191203

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE <b>25 MARS 2004</b> LIEU <b>INPI PARIS F</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0403106</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE <b>25 MARS 2004</b> PAR L'INPI		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE Madame Sophie PLAISANT DIRECTION PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE USINOR Immeuble "La Pacific" TSA 10001 92070 LA DÉFENSE CEDEX	
<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) UGI 03/003		<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input checked="" type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie <b>04 03 106</b>	
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b> Demande de brevet <input checked="" type="checkbox"/> Demande de certificat d'utilité <input type="checkbox"/> Demande divisionnaire <input type="checkbox"/> <i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____ <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> N° _____ Date _____ Transformation d'une demande de brevet européen <input type="checkbox"/> <i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> BANDES EN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE D'ASPECT DE SURFACE MAT			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> <b>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE</b> <b>LA DATE DE DÉPÔT D'UNE</b> <b>DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input checked="" type="checkbox"/> <b>Personne morale</b> <input type="checkbox"/> <b>Personne physique</b>	
Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF		UGINE & ALZ France Société Anonyme _____ _____	
Domicile ou siège Rue Code postal et ville Pays		Immeuble "La Pacific" - La Défense 7 - 11/13 Cours Valmy 92128 10101 PUTEAUX FRANCE	
Nationalité N° de téléphone (facultatif) Adresse électronique (facultatif)		française 01 41 25 91 05 N° de télécopie (facultatif) 01 41 25 87 54	
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			

Remplir impérativement la 2<sup>ème</sup> page

Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES  
DATE

25 MARS 2004

LIEU

INPI PARIS F

N° D'ENREGISTREMENT

0403106

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DB 540 W / 191203

<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b>			
Nom		PLAISANT	
Prénom		Sophie	
Cabinet ou Société		USINOR - DIR PI	
Nationalité		française	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		24/07/2003	
Adresse	Rue	Immeuble "La Pacific" - La Défense 7 - TSA 10001	
	Code postal et ville	92070 PARIS LA DEFENSE CEDEX	
	Pays	FRANCE	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			
<b>7 INVENTEUR (S)</b>		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques	
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Choix à faire obligatoirement au dépôt (cf. Notice explicative Rubrique 8)	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requis pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence): AG <span style="border: 1px solid black; padding: 0 5px;">  </span>	
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b>		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences	
Le support électronique de données est joint		<input type="checkbox"/>	
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/>	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>	
Sophie PLAISANT			

La présente invention concerne un procédé de fabrication en continu d'une bande en acier inoxydable austénitique présentant un aspect de surface mat, de type recuit-décapé. L'invention concerne également une installation de fabrication de telles bandes.

5 Selon le type de traitement thermique final que l'on fait subir à une bande en acier inoxydable austénitique, on confère à la bande en acier inoxydable austénitique soit un aspect de surface brillant, soit un aspect de surface mat, selon l'application à laquelle on destine la bande. Dans le cadre de la présente invention, on entend par aspect de surface brillant, une surface  
10 présentant une brillance supérieure à 40 et une rugosité moyenne arithmétique  $R_a$  inférieure à  $0,08 \mu\text{m}$ , et par aspect de surface mat, une surface présentant une brillance inférieure à 30 et une rugosité moyenne arithmétique  $R_a$  supérieure à  $0,12 \mu\text{m}$ . Selon l'invention, la brillance correspond à la mesure de la réflectivité de la surface et est mesurée selon un  
15 angle de  $60^\circ$ .

Pour obtenir un aspect de surface brillant, les bandes en acier inoxydable austénitique subissent un traitement thermique dans un four de recuit brillant dans lequel règne une atmosphère réductrice. A cet effet, les bandes défilent dans le four constitué d'une enceinte complètement isolée de  
20 l'atmosphère extérieure, comprenant trois zones, une première zone de chauffage, une deuxième zone de maintien en température, et une troisième zone de refroidissement, dans lesquelles circule un gaz neutre ou réducteur. Ce gaz peut être choisi par exemple parmi l'argon, l'hydrogène, l'azote ou un mélange d'hydrogène et d'azote, et présente un point de rosée compris entre –  
25  $65$  et  $-45^\circ\text{C}$ . Après avoir été laminées à froid, les bandes sont chauffées dans la première zone du four à une température comprise entre  $1050$  et  $1150^\circ\text{C}$ . Puis, elles sont maintenues à cette température dans la deuxième zone du four pendant une durée suffisante pour permettre la recristallisation de l'acier. Enfin, elles sont refroidies dans la troisième zone du four jusqu'à une  
30 température de l'ordre de  $200^\circ\text{C}$  pour éviter toute ré-oxydation de la surface de la bande avec l'oxygène de l'air lorsque la bande quitte l'enceinte du four.

Pour obtenir une bande en acier inoxydable austénitique présentant un aspect de surface de type recuit-décapé, c'est à dire un aspect de surface mat,

on procède comme suit. Les bandes préalablement laminées à froid subissent un recuit continu à une température de l'ordre de 1100°C, pendant environ 1 min, dans un four dont l'atmosphère est oxydante. Les bandes recuites subissent ensuite un refroidissement à l'air et/ou un refroidissement forcé par aspersion d'eau en dehors du four. Enfin, elles sont soumises à un décapage dans plusieurs bacs de décapage contenant des solutions capables d'ôter la couche d'oxyde qui s'est formée à la surface de la bande lors du recuit.

Du fait de la spécialisation des installations de recuit brillant et de recuit-décapé, il n'est pas toujours possible de répondre immédiatement à une demande de la clientèle pour des bandes en acier inoxydable austénitique présentant un aspect mat. Par conséquent, il peut ponctuellement exister une surcapacité de production de bandes en acier inoxydable austénitique en recuit brillant.

La présente invention a donc pour but de mettre à disposition un procédé permettant de conférer un aspect de surface mat, de type recuit-décapé, à une bande en acier inoxydable austénitique ayant subi un traitement thermique dans un four de recuit brillant.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de fabrication en continu d'une bande en acier inoxydable austénitique présentant un aspect de surface mat, de type recuit-décapé, comprenant les étapes consistant à :

- faire subir un traitement thermique à une bande d'acier laminée à froid dans un four de recuit brillant à l'intérieur duquel circule un gaz de balayage choisi parmi les gaz neutres ou réducteurs, présentant un point de rosée supérieur à  $-15^{\circ}\text{C}$ , ledit gaz de balayage comprenant éventuellement moins de 1 % en volume d'oxygène ou moins de 1 % en volume d'air, ledit traitement thermique comprenant une phase de chauffage à une vitesse de chauffage  $V_1$ , une phase de maintien à une température  $T$  et pendant un temps de maintien  $M$ , suivi d'une phase de refroidissement à une vitesse de refroidissement  $V_2$ , pour obtenir une bande couverte d'une couche d'oxyde, et

- à décaper la bande ayant subi le traitement thermique, à l'aide d'une solution de décapage acide adaptée pour éliminer complètement ladite couche d'oxyde en fonction de son épaisseur et sa nature.

5 Avant de parvenir au procédé selon l'invention, les inventeurs ont eu l'idée de décaper les bandes en acier inoxydable austénitiques ayant subi un recuit brillant de manière à leur conférer un aspect de surface mat, de type recuit-décapé. Cependant, les inventeurs se sont rendu compte qu'en procédant ainsi, il n'était pas possible d'obtenir un aspect de surface  
10 visuellement satisfaisant.

Les inventeurs ont ainsi mis en évidence que seule l'application des conditions conformes à l'invention, à savoir le maintien dans l'enceinte du four de recuit brillant d'un point de rosée supérieur à  $-15^{\circ}\text{C}$  pour former à la surface de la bande une couche d'oxyde, suivi d'un décapage dans une  
15 solution de décapage appropriée permet de conférer à la bande un aspect de surface mat de type recuit-décapé.

Le procédé selon l'invention peut également présenter les caractéristiques suivantes :

- le point de rosée du gaz de balayage est compris entre  $-10$  et  $30^{\circ}\text{C}$ ,  
20 et de préférence entre  $-5$  et  $10^{\circ}\text{C}$ ,
- le gaz de balayage est choisi parmi l'argon, l'hydrogène, l'azote et leurs mélanges,
- le traitement thermique de la bande est réalisé à une vitesse  $V1$  supérieure à  $10^{\circ}\text{C/s}$ , une température  $T$  comprise entre  $1050$  et  
25  $1150^{\circ}\text{C}$ , un temps de maintien  $M$  compris entre  $1$  s et  $120$  s, et un refroidissement de ladite bande à une vitesse  $V2$  supérieure à  $10^{\circ}\text{C/s}$  jusqu'à une température inférieure ou égale à  $200^{\circ}\text{C}$ ,
- le traitement thermique est réalisé à l'aide d'un dispositif à résistance, et de préférence à l'aide d'un dispositif à induction,
- 30 — la solution de décapage est choisie parmi les solutions aqueuses comprenant de l'acide nitrique, de l'acide fluorhydrique et/ou de l'acide sulfurique, et de préférence parmi les solutions aqueuses comprenant de l'acide fluorhydrique et de l'acide nitrique, et les solutions



aqueuses comprenant de l'acide fluorhydrique et des ions ferriques  $\text{Fe}^{3+}$ ,

- la solution de décapage est une solution aqueuse comprenant 10 à 80 g/l d'acide fluorhydrique, de préférence 30 à 50 g/l, et 60 à 140 g/l d'acide nitrique, de préférence 80 à 120 g/l,
- la solution de décapage est une solution aqueuse comprenant 5 à 100 g/l d'acide fluorhydrique, de préférence 30 à 80 g/l, et 1 à 150 g/l d'ions ferriques, de préférence 30 à 50 g/l,
- la bande est soit aspergée par la solution de décapage, soit plongée dans un bain de décapage contenant ladite solution de décapage,
- la température de la solution de décapage est comprise entre 20 et 100°C, de préférence entre 50 et 80°C,
- le temps de contact de la bande avec la solution de décapage est compris entre 10 s et 2 min.

L'invention a également pour objet une installation de fabrication en continu d'une bande en acier inoxydable austénitique présentant un aspect de surface mat, de type recuit-décapé, comportant successivement :

- un four de recuit brillant comportant une enceinte étanche, des moyens d'introduction d'un gaz de balayage, et des moyens de régulation du point de rosée du gaz de balayage, et
- une installation de décapage comprenant au moins un bac de décapage résistant aux acides.

Les caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront mieux au cours de la description qui va suivre, donnée à titre d'exemple non limitatif, en référence à la figure 1 annexée représentant une vue schématique d'une installation pouvant convenir à la mise en œuvre de l'invention.

Cette installation comprend un four de recuit brillant 1, comportant une enceinte étanche 2 au travers de laquelle défile une bande 3 d'acier inoxydable austénitique, des moyens d'introduction 4 d'un gaz de balayage dans l'enceinte étanche 2, et des moyens de régulation 5 du point de rosée du gaz de balayage. Successivement au four de recuit brillant 1, l'installation

comporte une installation de décapage 6 qui comprend au moins un bac de décapage 7 résistant aux acides, et contenant une solution de décapage.

L'enceinte étanche 2 comporte, dans le sens de défilement de la bande 3 représenté par la flèche F, trois zones successives, une première zone de chauffage, une deuxième zone de maintien en température et une troisième zone de refroidissement. La première zone de chauffage est équipée de moyens de chauffage puissants (non représentés) aptes à chauffer rapidement la bande 3 à une vitesse de chauffage V1, jusqu'à une température T1. La bande 3 est maintenue à cette température T1 dans la deuxième zone, pendant un temps de maintien M, puis est refroidie à une vitesse V2 jusqu'à une température T2, dans la troisième zone.

Selon l'invention, pour conférer un aspect de surface mat à une bande 3 en acier inoxydable austénitique, il convient de réaliser un traitement thermique de la bande 3 dans l'enceinte 2 du four 1, à l'intérieur de laquelle circule un gaz de balayage présentant un point de rosée supérieur à  $-15^{\circ}\text{C}$ , pour obtenir une bande 3 couverte d'une couche d'oxyde, puis de décaper la bande 3 traitée thermiquement à l'aide d'une solution de décapage acide. La solution de décapage acide est adaptée pour éliminer complètement ladite couche d'oxyde en fonction de son épaisseur et sa nature.

Typiquement la solution de décapage acide présentera un pH compris entre 0 et 4.

On entend par gaz présentant un point de rosée supérieur à  $-15^{\circ}\text{C}$ , un gaz dont le taux d'hygrométrie est supérieur à 2000 ppm d'eau.

Le gaz de balayage est choisi parmi les gaz neutres ou réducteurs comme par exemple l'argon, l'hydrogène, l'azote et leurs mélanges, et peut en outre comprendre moins de 1 % en volume d'oxygène ou moins de 1 % en volume d'air.

A cet effet, on fait subir à la bande 3 un traitement thermique consistant en un recuit de recristallisation réalisé à une vitesse V1 supérieure à  $10^{\circ}\text{C/s}$ , une température T1 comprise entre  $1050$  et  $1150^{\circ}\text{C}$  et un temps de maintien compris entre 1 s et 120 s, suivi d'un refroidissement forcé à une vitesse V2 supérieure à  $10^{\circ}\text{C/s}$  jusqu'à une température T2 inférieure ou égale à  $200^{\circ}\text{C}$ .

En traitant la bande 3 dans les conditions conformes à l'invention, à savoir avec un point de rosée supérieur à  $-15^{\circ}\text{C}$ , le gaz de balayage circulant dans l'enceinte 2 est suffisamment oxydant pour qu'il se forme une mince couche d'oxyde à la surface de la bande 3. Cette mince couche d'oxyde, dont la nature et l'épaisseur varient en fonction de l'atmosphère régnant dans l'enceinte 2, est apte à être décapée à l'aide de la solution de décapage acide présentant un pH compris entre 0 et 4.

Pour modifier le pouvoir oxydant du gaz de balayage, on modifie la quantité d'eau présente dans le gaz de balayage.

De préférence, le point de rosée est supérieur à  $-10^{\circ}\text{C}$  de manière à former une couche d'oxyde d'épaisseur suffisante, mais inférieure à  $30^{\circ}\text{C}$  de manière à limiter l'épaisseur de la couche d'oxyde. En limitant l'épaisseur de la couche d'oxyde, on limite la quantité de métal consommé par l'oxydation mais aussi la quantité de solution acide nécessaire à un décapage correct de la surface de la bande 3, et on évite ainsi que le retraitement des effluents soit trop important.

Avantageusement, le point de rosée est compris entre  $-5$  et  $10^{\circ}\text{C}$ .

L'ajout de moins de 1 % en volume d'oxygène ou d'air dans le gaz de balayage permet également de modifier le pouvoir oxydant du gaz de balayage. Toutefois au-delà de 1 % en volume, le gaz de balayage est trop oxydant et l'épaisseur de la couche d'oxyde formée à la surface de la bande sera trop importante. En outre, au-delà de cette valeur, les risques d'explosion dans l'enceinte 2 deviennent importants.

Le recuit de recristallisation de la bande 3 est effectué soit à l'aide d'un dispositif à résistance, soit de préférence d'un dispositif à induction.

En effet, le chauffage par induction de la bande 3 est avantageux pour les raisons suivantes. D'une part, le temps de traitement de la bande 3 est très réduit par rapport au temps de traitement avec un chauffage par résistance. D'autre part l'enceinte 2 d'un four de traitement par chauffage à induction est beaucoup moins volumineuse que l'enceinte 2 d'un four de traitement par chauffage par résistance, et cela permet de modifier l'atmosphère régnant dans cette enceinte 2 dans des temps beaucoup plus courts, conformes aux exigences industrielles.

Le refroidissement forcé de la bande 3 s'effectue par injection de gaz dont la température est comprise entre la température ambiante et 40 °C. Il s'agit du gaz contenu dans l'enceinte 2 du four 1 qui est refroidi par des moyens de refroidissement non représentés, et qui est ensuite réinjecté dans la zone de refroidissement de l'enceinte 2.

Pour conférer un aspect de surface mat à la bande 3 traitée selon l'invention dans un four de recuit brillant, on la décape à l'aide d'une solution de décapage acide adaptée pour que l'élimination de l'oxyde formé sur la bande 3 soit complète. La solution de décapage acide est adaptée à la nature et à l'épaisseur de l'oxyde formé lors du traitement thermique. Généralement la solution de décapage acide présente un pH compris entre 0 et 4.

La solution de décapage est choisie parmi les solutions aqueuses comprenant de l'acide nitrique, de l'acide fluorhydrique et/ou de l'acide sulfurique.

Les solutions de décapage préférées sont les solutions aqueuses comprenant de l'acide nitrique, les solutions aqueuses comprenant de l'acide fluorhydrique et de l'acide nitrique, et les solutions aqueuses comprenant de l'acide fluorhydrique et des ions ferriques  $\text{Fe}^{3+}$ .

La solution de décapage peut être une solution aqueuse comprenant 5 à 100 g/l d'acide fluorhydrique, de préférence 30 à 80 g/l, et 1 à 150 g/l d'ions ferriques, de préférence 30 à 50 g/l.

En dessous de 5 g/l d'acide fluorhydrique et en dessous de 1 g/l d'ions ferriques, le décapage et plus particulièrement l'attaque des joints de grains de la surface d'acier par la solution sont insuffisants, et l'aspect de surface mat n'est pas obtenu. Cependant, lorsque la concentration en acide fluorhydrique est supérieure à 100 g/l et la concentration en ions ferriques est supérieure à 150 g/l, le décapage sera au contraire trop important avec pour conséquence un enlèvement excessif d'acier en surface de la bande 3, et une quantité plus importante de solution usée à traiter.

Les inventeurs ont montré que les meilleurs résultats étaient obtenus en utilisant en tant que solution de décapage, une solution aqueuse comprenant 10 à 80 g/l d'acide fluorhydrique, de préférence 30 à 50 g/l, et 60 à 140 g/l d'acide nitrique, de préférence 80 à 120 g/l.

En dessous de 10 g/l d'acide fluorhydrique et en dessous de 60 g/l d'acide nitrique, le décapage et plus particulièrement l'attaque des joints de grains de la surface d'acier par la solution sont insuffisants, et l'aspect de surface mat n'est pas obtenu. Cependant, lorsque la concentration en acide fluorhydrique est supérieure à 80 g/l et la concentration en acide nitrique est supérieure à 140 g/l, le décapage sera au contraire trop important avec pour conséquence un enlèvement excessif d'acier en surface de la bande 3, et une quantité plus importante de solution usée à retraiter.

Pour décapager la bande 3, on la plonge dans un bain de décapage contenant la solution de décapage ou alors on l'asperge par la solution de décapage, en faisant en sorte que le temps de contact de la solution de décapage avec la bande 3 soit compris entre 10 s et 2 min.

Si le temps de contact de la solution de décapage avec la bande 3 est inférieur à 10 s, l'attaque aux joints de grains est insuffisante et l'aspect mat ne sera pas obtenu. Mais si le temps de contact de la solution de décapage avec la bande 3 est supérieur à 2 min, le décapage est si important qu'il risque de trop dissoudre la bande 3 d'acier.

La température de la solution de décapage est comprise entre 20 et 100°C, et de préférence entre 50 et 80°C. En effet, une température de la solution de décapage inférieure à 20°C exige des temps de traitements de la bande 3 qui ne sont pas conformes aux exigences industrielles, c'est à dire environ supérieur à 2 min. Cependant, une température trop importante, c'est à dire supérieure à 100°C, favorise l'évaporation de la solution et pose en outre des problèmes de sécurité.

Pour décapager efficacement la bande 3, on peut également la plonger dans un bain de décapage électrolytique contenant une solution comprenant de l'acide nitrique ou de l'acide sulfurique. A cet effet, il importe que la densité de courant appliquée soit supérieure à 5 A/dm<sup>2</sup>, et de préférence inférieure à 30 A/dm<sup>2</sup>. En effet, lorsque la densité de courant est inférieure à 5 A/dm<sup>2</sup>, le décapage de la surface d'acier par la solution est insuffisant, et l'aspect de surface mat n'est pas obtenu. Cependant, lorsque la densité de courant est supérieure à 30 A/dm<sup>2</sup>, le décapage n'est pas réalisé de façon économique.

L'invention va à présent être illustrée par des exemples donnés à titre indicatif, et non limitatif, et en référence aux figures annexées sur lesquelles :

- la figure 2 est une photographie de la surface d'une bande en acier inoxydable austénitique ayant subi un recuit brillant conventionnel,
- 5 – la figure 3 est une photographie de la surface d'une bande en acier inoxydable austénitique ayant subi un traitement de type recuit-décapé conventionnel,
- les figures 4 et 5 sont des photographies de bandes en acier inoxydable austénitique ayant subi un traitement thermique conforme à l'invention, avec un point de rosée de  $-5^{\circ}\text{C}$ , et un décapage successif conforme à l'invention respectivement avec soit une solution aqueuse d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique (bain A), soit une solution aqueuse d'acide fluorhydrique et de fer ferrique (bain B).

15 On a réalisé tous les essais en utilisant des bandes d'épaisseur 0,5 mm, fabriquées à partir d'un acier inoxydable austénitique de nuance AISI 304.

#### 1- Comparaison des aspects de surface obtenus lors d'un recuit brillant conventionnel et d'un recuit décapé conventionnel

20 Dans un premier temps, on a caractérisé une de ces bandes présentant un aspect de surface de type recuit brillant conventionnel, et une autre de ces bandes présentant un aspect de surface de type recuit décapé conventionnel, c'est à dire un aspect de surface mat, de manière à avoir une référence de surface.

25 A cet effet, pour obtenir un aspect de surface de type recuit brillant conventionnel, on fait subir à la bande considérée, préalablement laminée à froid, un traitement thermique dans l'enceinte d'un four de recuit brillant à l'intérieur de laquelle circule un mélange de 25% en volume d'azote et de 75% en volume d'hydrogène présentant un point de rosée de  $-50^{\circ}\text{C}$ . On chauffe la bande à une vitesse de chauffage de  $10^{\circ}\text{C/s}$ , pour la porter à  $1100^{\circ}\text{C}$ , on la maintient à cette température pendant environ 6 s, puis on la refroidit à une vitesse de  $20^{\circ}\text{C/s}$  jusqu'à l'ambiante.

Pour obtenir un aspect de surface mat en mettant en oeuvre le procédé de recuit-décapé, on chauffe une bande, préalablement laminée à froid, à une vitesse de chauffage de 10 °C, pour la porter à une température de 1100 °C dans un four qui n'est pas isolé de l'atmosphère extérieure. On maintient la  
 5 bande à cette température pendant environ 5 s, puis on la refroidit à une vitesse de 20 °C/s jusqu'à l'ambiante, par une trempe à l'air, puis à l'eau. Enfin, on la décape en la plongeant dans plusieurs bains de décapage électrolytique puis à base d'acide fluorhydrique.

Pour chacune des bandes traitées, on mesure la brillance dans le sens  
 10 de la longueur notée Br L, la brillance dans le sens transversal notée Br T. La brillance est la mesure de la réflectivité de la surface sous un angle de 60°, ainsi que les différents types de rugosité suivante :

- rugosité totale Rt : différence de niveau entre la crête la plus élevée et le creux le plus profond,
- 15 – rugosité Rp : Rp est la plus grande des hauteurs de saillie du profil de rugosité, et
- rugosité moyenne arithmétique Ra : moyenne de tous les écarts du profil de rugosité par rapport à la ligne moyenne à l'intérieur d'une longueur de base.

20 Les résultats des mesures de brillance et de rugosité réalisées sur la bande de type recuit-brillant et sur la bande de recuit recuit-décapé sont rassemblés dans le tableau 1 suivant :

		Recuit brillant	Recuit-décapé
Br L		59	14,6
Br T		56	12,6
Rugosité ( $\mu\text{m}$ )	Rt	1,22	1,78
	Rp	0,26	0,43
	Ra	0,07	0,15

## 2- Décapage chimique de bandes ayant subi un recuit brillant conventionnel

25 Dans un deuxième temps, pour montrer que le décapage d'une bande de type recuit-brillant ne permet pas de lui conférer l'aspect de surface mat recherché, les inventeurs ont plongé des échantillons prélevés dans des

bandes d'acier ayant subi le recuit brillant conventionnel tel que décrit plus haut, dans un des bains de décapage dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Bain A : solution aqueuse comprenant 40 g/l d'acide fluorhydrique et 100 g/l d'acide nitrique, et présentant un pH de 1,
- Bain A' : solution aqueuse comprenant 40 g/l d'acide fluorhydrique et 150 g/l d'acide nitrique, et présentant un pH de 0,7,
- Bain B : solution aqueuse comprenant 40 g/l d'acide fluorhydrique et 30 g/l d'ions ferriques, présentant un pH de 3,4.

Tous les bains présentent une température constante de 65 °C.

Après décapage des échantillons, on les rince, et on les sèche. On mesure la brillance de la surface de chacun des échantillons, et on rassemble les résultats dans le tableau 2 suivant :

Tableau 2 : brillance lorsque le point de rosée est de -45 °C

	Bain A	Bain A'	Bain B
Brillance travers Br L	53,5	53	58
Observations de la surface	aspect brillant	aspect brillant	aspect brillant

De ce tableau, il ressort qu'aucune des solutions de décapage étudiées n'est capable de décaper un acier inoxydable austénitique ayant subi un recuit conventionnel dans un four de recuit brillant, pour lui conférer un aspect de surface mat.

### 3- Décapage chimique de bandes ayant subi un traitement thermique selon l'invention

Dans un troisième temps, on a décapé des échantillons prélevés dans des bandes en acier inoxydable austénitique de nuance AISI 340 ayant subi un traitement thermique selon l'invention dans un four de recuit brillant.

A cet effet, on fait subir à une série d'échantillons, un traitement thermique, dans l'enceinte d'un four de recuit brillant à l'intérieur de laquelle circule un mélange comprenant 75 % en volume d'hydrogène et 25 % en volume d'azote, dont les caractéristiques sont les suivantes :



- vitesse de chauffage V1 : 10 °C/s
  - température de maintien T : 1100 °C
  - temps de maintien M : 6 s
  - vitesse de refroidissement jusqu'à : 20 °C, et
- 5 dont le point de rosée est soit de –20 °C, soit de –10 °C, soit de –5 °C, soit de +4 °C.

Ensuite, on fait subir à chacun des échantillons de la série un décapage en les plongeant soit dans le bain de décapage A pendant 16 s, soit dans le bain de décapage B pendant 90 s.

- 10 Tous les bains présentent une température constante de 65°C.

Après décapage des échantillons, on les rince et on les sèche, et on mesure pour chacun des échantillons traités la brillance dans le sens de la longueur, la brillance dans le sens transversal, la rugosité totale, la rugosité Rp et la rugosité arithmétique. On a rassemblé l'ensemble des mesures réalisées

15 en fonction des points de rosée du gaz balayant l'enceinte du four lors du traitement dans les tableaux suivants :

Tableau 3 : brillance et rugosité lorsque le point de rosée est de – 20°C

	Bain A	Bain B
Br L	3,3	12
Br T	2,7	9
Rt (µm)	3,01	2,01
Rp (µm)	1,21	0,65
Ra (µm)	0,33	0,24
Observations	Aspect de surface proche de celui attendu, mais reste important d'oxyde	Décapage insuffisant

Tableau 4 : brillance et rugosité lorsque le point de rosée est de –10 °C

	Bain A	Bain B
Br L	2,7	13
Br T	2,4	12
Rt (µm)	2,76	1,73

Rp ( $\mu\text{m}$ )	1,53	0,63
Ra ( $\mu\text{m}$ )	0,29	0,15
Observations	Résultat satisfaisant : bon aspect mat général	Bon aspect mat général

Tableau 5 : brillance et rugosité lorsque le point de rosée est de  $-5^{\circ}\text{C}$ 

	Bain A	Bain B
Br L	2,2	12,2
Br T	1,8	9,7
Rt ( $\mu\text{m}$ )	2,54	1,92
Rp ( $\mu\text{m}$ )	1,19	0,63
Ra ( $\mu\text{m}$ )	0,33	0,23
Observations	Résultat très satisfaisant : surface décapée et aspect mat	Bon aspect mat général

Tableau 6 : brillance et rugosité lorsque le point de rosée est de  $+4^{\circ}\text{C}$ 

	Bain A	Bain B
Br L	2,4	9,0
Br T	2,1	7,6
Rt ( $\mu\text{m}$ )	2,08	1,91
Rp ( $\mu\text{m}$ )	0,62	0,70
Ra ( $\mu\text{m}$ )	0,16	0,18
Observations	Résultat très satisfaisant : surface décapée et aspect mat	Bon aspect mat général

5

Des résultats contenus aux points 2 et 3, il ressort clairement qu'un décapage au moyen d'une solution de décapage d'une bande en acier inoxydable austénitique ne permet pas de conférer un aspect de surface mat à la bande ayant subi un traitement thermique dans un four de recuit brillant dans les conditions usuelles. En effet, seule l'application des conditions conformes à l'invention, à savoir le maintien dans l'enceinte du four de recuit

10

brillant d'un point de rosée supérieur à  $-15^{\circ}\text{C}$ , suivi d'un décapage dans une solution de décapage présentant un pH compris entre 0 et 4 permet de conférer à la bande un aspect de surface mat de type recuit-décapé.

## REVENDECATIONS

1. Procédé de fabrication en continu d'une bande en acier inoxydable austénitique (3) présentant un aspect de surface mat, de type recuit-décapé, comprenant les étapes consistant à :
  - faire subir un traitement thermique à une bande en acier inoxydable austénitique (3) laminée à froid, dans un four de recuit brillant (1) à l'intérieur duquel circule un gaz de balayage choisi parmi les gaz neutres ou réducteurs, présentant un point de rosée supérieur à  $-15^{\circ}\text{C}$ , ledit gaz de balayage comprenant éventuellement moins de 1 % en volume d'oxygène ou moins de 1 % en volume d'air, ledit traitement thermique comprenant une phase de chauffage à une vitesse de chauffage  $V_1$ , une phase de maintien à une température  $T$  et pendant un temps de maintien  $M$ , suivi d'une phase de refroidissement à une vitesse de refroidissement  $V_2$ , pour obtenir une bande (3) couverte d'une couche d'oxyde, et
  - à décaper la bande (3) ayant subi le traitement thermique, à l'aide d'une solution de décapage acide adaptée pour éliminer complètement ladite couche d'oxyde en fonction de son épaisseur et sa nature.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le point de rosée dudit gaz de balayage est compris entre  $-10$  et  $30^{\circ}\text{C}$ .
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le point de rosée est compris entre  $-5$  et  $10^{\circ}\text{C}$ .
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ledit gaz de balayage est choisi parmi l'argon, l'hydrogène, l'azote et leurs mélanges.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le traitement thermique de la bande (3) est réalisé à une vitesse  $V_1$  supérieure à  $10^{\circ}\text{C/s}$ , une température  $T$  comprise entre  $1050$  et  $1150^{\circ}\text{C}$ , un temps de maintien  $M$  compris entre 1 s et 120 s, et un refroidissement de ladite bande (3) à une vitesse  $V_2$  supérieure à  $10^{\circ}\text{C/s}$  jusqu'à une température inférieure ou égale à  $200^{\circ}\text{C}$ .

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le traitement thermique de la bande (3) est réalisé à l'aide d'un dispositif à induction.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le traitement thermique de la bande (3) est réalisé à l'aide d'un dispositif à résistance.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la solution de décapage est choisie parmi les solutions aqueuses comprenant de l'acide nitrique, de l'acide fluorhydrique et/ou de l'acide sulfurique.
9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la solution de décapage est choisie parmi les solutions aqueuses comprenant de l'acide fluorhydrique et de l'acide nitrique, et les solutions aqueuses comprenant de l'acide fluorhydrique et des ions ferriques  $\text{Fe}^{3+}$ .
10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que la solution de décapage est une solution aqueuse comprenant 10 à 80 g/l d'acide fluorhydrique, et 60 à 140 g/l d'acide nitrique.
11. Procédé selon la revendication 10, caractérisée en ce que la solution de décapage est une solution aqueuse comprenant 30 à 50 g/l d'acide fluorhydrique, et 80 à 120 g/l d'acide nitrique.
12. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que la solution de décapage est une solution aqueuse comprenant 5 à 100 g/l d'acide fluorhydrique, et 1 à 150 g/l d'ions ferriques.
13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que la solution de décapage est une solution aqueuse comprenant 30 à 80 g/l d'acide fluorhydrique, et 30 à 50 g/l d'ions ferriques.
14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que pour décaper la bande en acier inoxydable austénitique (3), ladite bande est aspergée par la solution de décapage.
15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que pour décaper la bande en acier inoxydable austénitique (3), ladite bande (3) est plongée dans un bain de décapage contenant ladite solution de décapage.

16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 15, caractérisé en ce que la température de la solution de décapage est comprise entre 20 et 100°C.
17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que la température de la solution de décapage est comprise entre 50 et 80°C.
18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, caractérisé en ce que le temps de contact de la bande avec la solution de décapage est compris entre 10 s et 2 min.
19. Installation de fabrication en continu d'une bande en acier inoxydable austénitique (3) présentant un aspect de surface mat, de type recuit-décapé, comportant successivement :
- un four de recuit brillant (1) comportant une enceinte (2) étanche, des moyens d'introduction d'un gaz de balayage (4), et des moyens de régulation du point de rosée du gaz de balayage (5), et
  - une installation de décapage (6) comprenant au moins un bac de décapage (7) résistant aux acides.

1/3

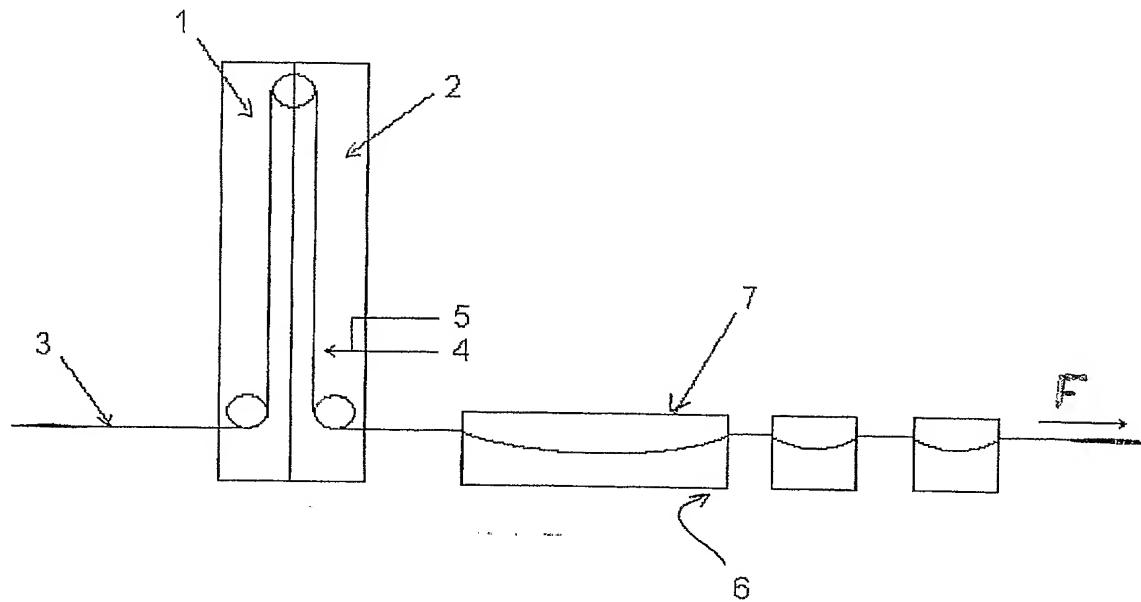
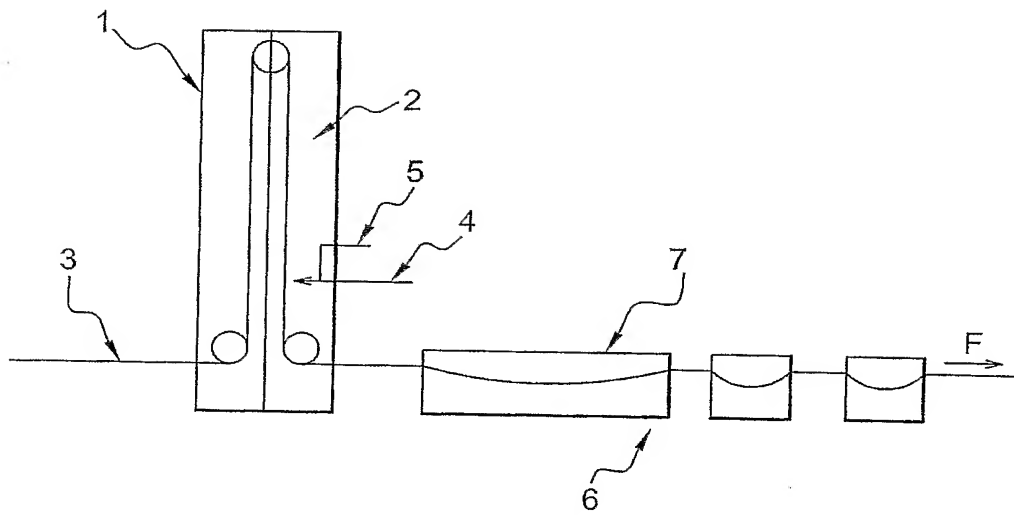
*figure provisoire*

Figure 1

1/3



**Fig. 1**



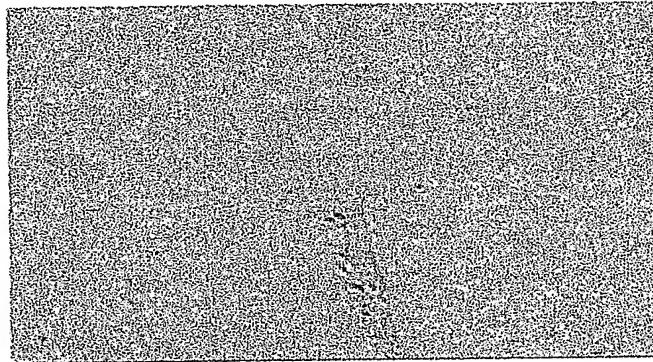


Figure 2

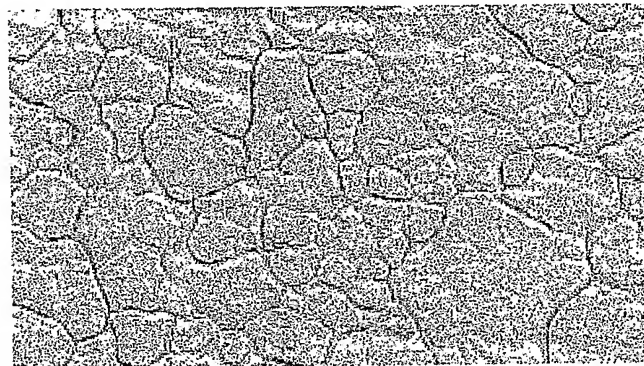


Figure 3

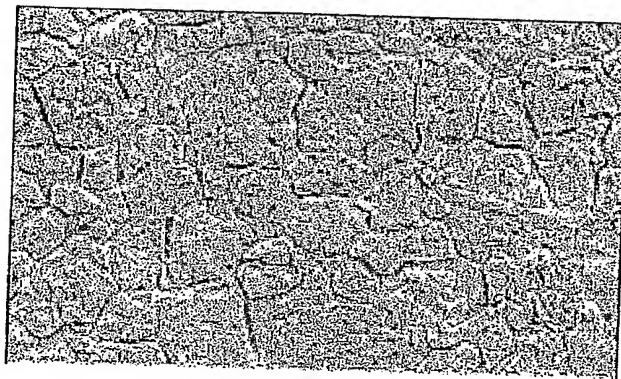


Figure 4

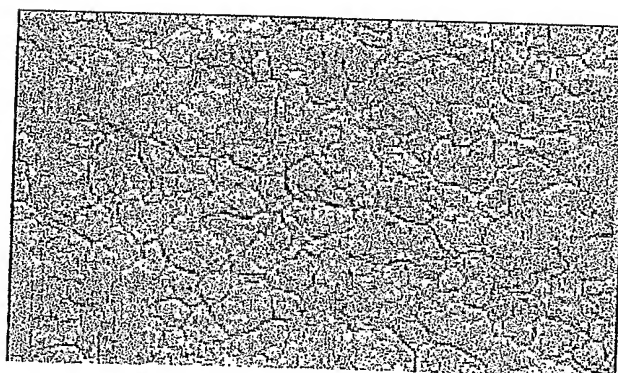


Figure 5

reçue le 03/05/04



**BREVET D'INVENTION**  
**CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11 235\*02

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

<b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif)		UGI 03/003	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		04 03106	
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum) BANDES EN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE D'ASPECT DE SURFAC MAT			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b> UGINE & ALZ France Société Anonyme Immeuble "La Pacific" - La Défense 7 11/13 Cours Valmy 92800 PUTEAUX (FRANCE)			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		DESSIS	
Prénoms		Arnaud	
Adresse	Rue	222 Chemin du Pont	
	Code postal et ville	73400	UGINE (FRANCE)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		GIRAUD	
Prénoms		Henri	
Adresse	Rue	35 route de Chassy	
	Code postal et ville	71130	GUEUGNON (FRANCE)
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		DHONDT	
Prénoms		Caroline	
Adresse	Rue	731 rue de la Place	
	Code postal et ville	62350	MONT BERNANCHON (FRANCE)
Société d'appartenance (facultatif)			
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) 24 mars 2004 Sophie PLAISANT			

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



